

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2000年 5月25日

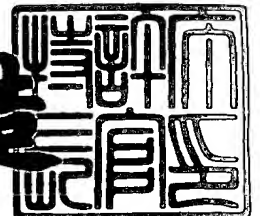
出 願 番 号
Application Number: 特願2000-154607

出 願 人
Applicant(s): 日本碍子株式会社

2001年 2月 9日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3005312

【書類名】 特許願

【整理番号】 WP03294

【提出日】 平成12年 5月25日

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 B22D 19/00
C04B 41/88

【発明の名称】 金属間化合物基複合材料の製造方法

【請求項の数】 8

【発明者】
【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内
【氏名】 来田 雅裕

【特許出願人】
【識別番号】 000004064
【氏名又は名称】 日本碍子株式会社

【代理人】
【識別番号】 100088616
【弁理士】
【氏名又は名称】 渡邊 一平

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 009689
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 明細書 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 9001231

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属間化合物基複合材料の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 強化材と金属間化合物からなる金属間化合物基複合材料の製造方法であって、該強化材の間隙に金属粉末を混合してプリフォームを形成し、該プリフォームに Al 溶湯を含浸することにより、該金属粉末と該 Al 溶湯とが自己燃焼反応を生起し、該 Al 溶湯がアルミナイド金属間化合物に置換される際に、該 Al 溶湯及び該金属粉末とが残存しない量に配合することを特徴とする金属間化合物基複合材料の製造方法。

【請求項 2】 該強化材が繊維、粒子、ウィスカーのいずれかの形状を有する無機材料であることを特徴とする請求項 1 に記載の金属間化合物基複合材料の製造方法。

【請求項 3】 該無機材料が Al_2O_3 、 AlN 、 SiC 、 Si_3N_4 のいずれかであることを特徴とする請求項 2 に記載の金属間化合物基複合材料の製造方法。

【請求項 4】 該金属粉末が Ti であり、かつ、該 Al 溶湯の重量を A、該 Ti の重量を B とした時に、 $A : B = 1 : 0.16 \sim 1 : 1.8$ の関係を満足するように配合されていることを特徴とする請求項 1 に記載の金属間化合物基複合材料の製造方法。

【請求項 5】 該金属粉末が Ni であり、かつ、該 Al 溶湯の重量を A、該 Ni の重量を C とした時に、 $A : C = 1 : 0.14 \sim 1 : 1.4$ の関係を満足するように配合されていることを特徴とする請求項 1 に記載の金属間化合物基複合材料の製造方法。

【請求項 6】 該金属粉末が Nb であり、かつ、該 Al 溶湯の重量を A、該 Nb の重量を D とした時に、 $A : D = 1 : 0.082 \sim 1 : 0.89$ の関係を満足するように配合されていることを特徴とする請求項 1 に記載の金属間化合物基複合材料の製造方法。

【請求項 7】 該強化材の金属間化合物基複合材料に占める体積分率が $10 \sim 70 vol\%$ であることを特徴とする請求項 1 に記載の金属間化合物基複合材料の製造方法。

【請求項 8】 該金属粉末の平均粒径が該強化材の平均粒径の 5 ～ 8 0 % であることを特徴とする請求項 1 に記載の金属間化合物基複合材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】 本発明は金属間化合物基複合材料の製造方法に係り、更に詳しくは、金属間化合物調製のための前処理を必要とせず、且つ、マトリックスと強化材との複合化の際に高温・高圧条件を必要としない金属間化合物基複合材料の製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】 複合材料とは、複数素材を巨視的に混合した組成集合体であり、各素材の持つ機械特性を相補的に利用して、単独素材では実現できなかった特性発現を可能にしたものである。基本的には、材料と材料を組み合わせる技術手法であり、マトリックスと強化材、使用目的、又はコスト等により、種々の組み合わせが存在する。

【0 0 0 3】 その中でも金属基複合材料、或いは金属間化合物基複合材料とは、Al、Ti、Ni、Nb 等の金属、若しくは TiAl、Ti₃Al、Al₃Ti、NiAl、Ni₃Al、Ni₂Al₃、Al₃Ni、Nb₃Al、Nb₂Al、Al₃Nb 等の金属間化合物をマトリックスとし、セラミックス等の無機材料を強化材として複合材料化されたものである。従って、金属基複合材料、或いは金属間化合物基複合材料は、軽量且つ高強度を有するといった特性を生かし、宇宙・航空分野を始めとして多方面での利用が図られている。

【0 0 0 4】 金属間化合物基複合材料の製造方法としては、予め金属間化合物粉末をメカニカルアロイング (MA) 等にて製造し、強化材となる繊維及び／又は粒子等と共に、高温・高圧条件下においてホットプレス (HP) もしくは熱間等方圧成形 (HIP) する方法が挙げられる。また、金属基複合材料の製造方法としても加圧含浸法や溶湯鍛造法等のように高圧を必要とする方法を挙げることができる。

【0 0 0 5】

【発明が解決しようとする課題】 金属間化合物基複合材料を製造する従来の製

造方法における問題点として、緻密な金属間化合物基複合材料の製造を行うためには、HP及びHIP等の製造方法によって高温・高圧を負荷し、金属間化合物を焼結することで複合材料の緻密化を行う必要がある。このため、前処理工程の必要性があるだけでなく、製造装置の性能や規模に制約があり、大型、或いは複雑形状の複合材料の製造が極めて困難であると共に、最終製品の形状を考慮したニアネットシェイプ化を行うことができず、その後の工程において機械加工処理が必要となるといった問題点をも有している。

【0006】 また、前処理工程として、予めMA等による金属間化合物粉末の合成が必要であり、製造工程の多段階・煩雑化といった問題点を有している。従って、上述のように、従来の金属間化合物基複合材料の製造においては多段階に渡る工程が必要であると共に、高温・高圧条件下において行う製造方法であるために極めて高コストな製造方法である。

【0007】 本発明は、このような従来技術の有する問題点に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは製造工程を削減し、且つ大型・複雑形状を有する金属間化合物基複合材料の製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】 即ち、本発明によれば、強化材と金属間化合物からなる金属間化合物基複合材料の製造方法であって、該強化材の空隙に金属粉末を混合してプリフォームを形成し、該プリフォームにAl溶湯を含浸することにより、該金属粉末と該Al溶湯とが自己燃焼反応を生起し、該Al溶湯がアルミナイド金属間化合物に置換される際に、該Al溶湯及び該金属粉末とが残存しない量に配合することを特徴とする金属間化合物基複合材料の製造方法が提供される。

【0009】 さらに、本発明においては、強化材が、繊維、粒子、ウイスキーのいずれかの形状を有する無機材料であることが好ましく、さらに当該無機材料は、 Al_2O_3 、AlN、SiC、 Si_3N_4 のいずれかであることが好ましい。

【0010】 また、本発明においては、金属粉末がTiであり、かつ、該Al溶湯の重量をA、該Tiの重量をBとした時に、 $A : B = 1 : 0.16 \sim 1 : 1.8$ の関係を満足するよう配合されていることが好ましく、さらに、金属粉末が

Niであり、かつ、該Al溶湯の重量をA、該Niの重量をCとした時に、 $A : C = 1 : 0.14 \sim 1 : 1.4$ の関係を満足するよう配合されていることが好ましく、また同様に、金属粉末がNbであり、かつ、該Al溶湯の重量をA、該Nbの重量をDとした時に、 $A : D = 1 : 0.082 \sim 1 : 0.89$ の関係を満足するよう配合されていることが好ましい。

【0011】 なお、本発明においては、強化材の金属間化合物基複合材料に占める体積分率が10～70vol%であることが好ましく、また、金属粉末の平均粒径が、強化材の平均粒径の5～80%であることが好ましい。

【0012】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を実施形態に基づき詳しく説明するが、本発明はこれらの実施形態に限定されるものではない。

【0013】 本発明では、強化材と金属間化合物からなる金属間化合物基複合材料の製造方法に関し、強化材の空隙に予め金属粉末を混合してプリフォームを形成し、そのプリフォームにAl溶湯を含浸し、自己燃焼反応により、in-situ（その場）合成でアルミナイド金属間化合物を生成させ、Al溶湯がアルミナイド金属間化合物に置換したマトリックスとし、目的とする金属間化合物基複合材料を製造する。前処理として金属間化合物を調製する必要がなく、従って、製造工程とコストの削減が容易に達成された金属間化合物基複合材料の製造方法である。

【0014】 また、Al溶湯と各種金属粉末との自己燃焼反応熱を利用してアルミナイド金属間化合物の生成を推進するために、低温条件下において金属間化合物基複合材料の製造が可能である。さらに、従来の製造方法である、HP若しくはHIPのような高圧を必要とせず、無加圧浸透による金属間化合物基複合材料の製造が可能である。このことにより、製造装置の性能上困難であった、比較的大きな、或いは、複雑な形状を有する金属間化合物基複合材料等の製造が可能となる。

【0015】 さらに、Al溶湯と金属粉末の自己燃焼反応により、反応系内が瞬間的に高温に保持される。このため、Al溶湯が自己燃焼反応を生起しながら強化材空隙中に無加圧浸透され、高圧を負荷せずに緻密な金属間化合物基複合材

料を製造することが可能である。

【0016】 本発明においては、強化材として繊維、粒子、ウィスカーのいずれかの形状を有する無機材料を用いることが好ましい。このような形状の無機材料を用いることにより、最終製品としての使用用途に沿った強度や特徴を有する金属間化合物基複合材料を製造することができる。なお、本発明の実施は、これらの形状を有する無機材料を用いることに限定されるものでないことはいうまでもない。

【0017】 本発明においては、 Al_2O_3 、 AlN 、 SiC 、 Si_3N_4 のいずれかを無機材料として使用することが好ましい。金属間化合物基複合材料は、用いる金属間化合物と強化材との組み合わせにより、種々の特性を示す。従って、前記無機材料と組み合わせることにより、用途に応じた金属間化合物基複合材料を適宜製造することができる。表1に、各種の無機材料からなる強化材の種類と、金属間化合物と組み合わせた場合における金属間化合物複合材料の特徴の一例を示す。なお、本発明においては、これらの強化材以外の材質と金属間化合物との組み合わせを妨げるものではない。

【0018】

【表1】

強化材	左記強化材を使用して製造した金属間化合物基複合材料の特徴
Al_2O_3	耐酸化性
AlN	高熱伝導性
SiC	高熱伝導性、導電性

【0019】 また、本発明においては、金属粉末として Ti 、 Ni 、 Nb のいずれかを使用することが好ましい。強化材の間隙にこれらの金属粉末を混合して作製したプリフォーム中に Al 溶湯を含浸する際に、 Al 溶湯と金属粉末が反応してアルミナイド金属間化合物を生成する。このときの反応の代表例を数1～数3に示す。数1～数3において示す通り、これらの反応は発熱反応（自己燃焼反

応)であり、本発明に係る金属間化合物基複合材料の製造方法では、この反応熱を利用する。従って、HP等において必要であった、高温・高圧力条件は不必要となる。即ち、本発明においては製造装置の性能上困難であった、比較的大きな、或いは、複雑な形状を有する金属間化合物基複合材料等の製造が可能となる。

【0020】

【数1】



ΔH : 生成反応熱 ($\Delta H < 0$ にて発熱反応)

【0021】

【数2】



ΔH : 生成反応熱 ($\Delta H < 0$ にて発熱反応)

【0022】

【数3】



ΔH : 生成反応熱 ($\Delta H < 0$ にて発熱反応)

【0023】 Al溶湯と自己燃焼反応を起こす金属粉末としてTiを用いた場合、Al溶湯の重量をA、Tiの重量をBとした時に、 $A : B = 1 : 0.16 \sim 1 : 1.8$ の範囲で配合してアルミナイド金属間化合物基複合材料を製造することが好ましい。この配合割合としてアルミナイド金属間化合物基複合材料を製造することにより、マトリックスを低融点のAlから高融点のアルミナイド金属間化合物へと完全に置換することができる。即ち、アルミナイド金属間化合物を予め調製する工程が不要になると共に、Alの融点域において強度低下等の現象を

起こさない金属間化合物基複合材料を製造することができる。

【0024】 また、Al 溶湯と自己燃焼反応を起こす金属粉末としてNi を用いた場合、Al 溶湯の重量をA、Ni の重量をCとした時に、 $A : C = 1 : 0.14 \sim 1 : 1.4$ の範囲で配合してアルミナイド金属間化合物基複合材料を製造することが好ましい。この配合割合としてアルミナイド金属間化合物基複合材料を製造することにより、前述したTi を用いた場合と同様に、マトリックスを低融点のAl から高融点のアルミナイド金属間化合物へと完全に置換することができる。即ち、アルミナイド金属間化合物を予め調製する工程が不要になると共に、Al の融点域において強度低下等の現象を起こさない金属間化合物基複合材料を製造することができる。

【0025】 さらに、Al 溶湯と自己燃焼反応を起こす金属粉末としてNb を用いた場合、Al 溶湯の重量をA、Nb の重量をDとした時に、 $A : D = 1 : 0.14 \sim 1 : 1.4$ の範囲で配合してアルミナイド金属間化合物基複合材料を製造することが好ましい。この配合割合としてアルミナイド金属間化合物基複合材料を製造することにより、前述したTi、Ni を用いた場合と同様に、マトリックスを低融点のAl から高融点のアルミナイド金属間化合物へと完全に置換することができる。即ち、アルミナイド金属間化合物を予め調製する工程が不要になると共に、Al の融点域において強度低下等の現象を起こさない金属間化合物基複合材料を製造することができる。さらには、上記以外の金属粉末を用いる場合においても、該金属粉末とAl 溶湯の比を後述の通り、浸透したAl 溶湯がアルミナイド金属間化合物に置換される際に、該金属粉末とAl 溶湯が残存しない様な比率とすることで、前述したTi、Ni、Nb を用いた場合と同様に、マトリックスを低融点のAl から高融点のアルミナイド金属間化合物へと完全に置換することができる。即ち、アルミナイド金属間化合物を予め調製する工程が不要になると共に、Al の融点域において強度低下等の現象を起こさない金属間化合物基複合材料を製造することができる。

【0026】 例えば、強化材の粒径を $50 \mu m$ とした場合には、Al 溶湯と自己燃焼反応を起こすために用いる金属粉末の平均粒径は、 $2 \sim 40 \mu m$ が好ましく、 $5 \sim 30 \mu m$ がさらに好ましい。金属粉末の平均粒径が $2 \mu m$ に満たない場

合には、当該金属粉末の入手が困難であると共に取り扱いが不便であり、また、 $40\mu\text{m}$ を超える場合には、当該金属粉末とAl溶湯との自己燃焼反応は生起されるが、緻密な金属間化合物基複合材料を製造することができないためである。

【0027】 なお、本発明の実施において用いる金属溶湯は純Alに限らず、各種Al合金を利用しても同様な効果が有ることはいうまでもない。また、生成した金属間化合物の融点に比して低温度域において金属間化合物基複合材料の製造が可能であるため、冶金や製品型との反応や融着が極めて起こりにくい。従って、製造後の離型性が非常に良好であり、複雑な形状を有する金属間化合物基複合材料の製造にも好適である。

【0028】 次に、製造方法の一例を挙げて本発明の詳細を説明する。強化材として、所定の平均粒径を有する Al_2O_3 、AlN、SiC、 Si_3N_4 粒子（粉碎粒）、金属粉末として、所定の平均粒径を有するTi、Ni、Nb、さらに、強化材間隙に含浸する金属として、Alを用いる。このとき、金属粉末の平均粒径が強化材の平均粒径の5～80%であることが好ましく、10～60%であることがさらに好ましい。これは、金属粉末の平均粒径が強化材の平均粒径の5%に満たない場合には、金属粉末自体の入手が困難及び粉塵爆発の危険性が伴ってくる点から取り扱いが不便となり、80%より大きい場合には、自己燃焼反応の活性度が十分に高められず、生成する金属間化合物基複合材料の緻密化をなし得ることができないためである。

【0029】 含浸するAl溶湯と各種金属粉末が、表2に基づく組成からなるアルミナイド金属間化合物となるように調合を行う。目的とするアルミナイド金属間化合物に関しては、例えばTi-Al系について見てみると、代表的にはAl-rich側から Al_3Ti 、TiAl、 Ti_3Al の3相が存在し、これらの単相材及び2相材等が得られることから、必要となる材料特性に応じてマトリックスとなる金属間化合物相を選択することが出来る。表2に示す割合に従ってAlと各種金属粉末を反応させることにより、マトリックスを低融点のAlから、高融点のアルミナイド金属間化合物へと完全に置換することができる。即ち、アルミナイド金属間化合物を予め調製する工程が不要になると共に、Alの融点域において強度低下等の現象を起こさない金属間化合物基複合材料を製造すること

ができる。なお、反応に伴う A l のアルミナイド金属間化合物への置換に関しては、微視的な残存 A l による強度低下等の特性面での劣化が生じないものであれば問題は無い。具体的には、X線回折もしくは後述する D T A 等の熱分析にて残存 A l のピークが確認されないものであれば差し支えないものである。

【 0 0 3 0 】

【表 2】

材料系	金属間化合物相	融点(°C)	Al組成(重量%)
Al-Ti系	Al ₃ Ti	1350	62.5-63.5
	TiAl	1480	34-56.2
	Ti ₃ Al	1180	14-23
Al-Ni系	Al ₃ Ni	854	58
	Ni ₂ Al ₃	1133	40-44.7
	NiAl	1638	23.5-36
	Ni ₃ Al	1385	12.2-15
Al-Nb系	Al ₃ Nb	1680	45-47
	Nb ₂ Al	1940	12-17
	Nb ₃ Al	2060	7.6-8.8

【 0 0 3 1 】 本発明に係る金属間化合物基複合材料の製造方法においては、マトリックスが完全に金属間化合物に置換するよう A l と T i 、 N i 、 N b 等の金属粉末を配合することが好ましく、即ち、金属間化合物基複合材料の、或いは T i 、 N i 、 N b 等の金属相のいずれもが残存していない様に配合することが好ましい。マトリックス中に T i 、 N i 、 N b 等の金属相が残存した場合においては、後述する 4 0 0 °C 条件下、高温曲げ強度試験においてマトリックス中に A l が残存した場合のような強度低下等の現象を示すことはないが、さらに高温、例えば 6 0 0 ~ 8 0 0 °C 条件下、高温曲げ強度試験においては、マトリックスが完全に金属間化合物に置換された複合材料に比して強度低下等の現象を示す場合がある。従って、前述した調合比率によって優れた強度特性等を示す金属間化合物基複合材料を製造することができる。

【 0 0 3 2 】 さらに、各種金属粉末と強化材を混合してプリフォームを調製する。このとき、最終製品である金属間化合物基複合材料に含有する強化材の体積

分率が、10～70 vol %となるように調製することが好ましく、30～60 vol %となるように調製することがさらに好ましい。強化材の体積分率が10 vol %に満たない場合には、複合材料として十分な強度を発現することができず、また、70 vol %を超える場合には、Al 溶湯の浸透に不具合が生じ、アルミナイド金属間化合物への合成が困難となるからである。従って、本発明は一般的な金属間化合物基複合材料に用いられる強化材の含有率において好適に使用することができる製造方法である。

【0033】 前記プリフォームを所定の冶具中に充填し、約1 MPaの圧力にて成形を行った後、その成形体上にAl（市販の純Al）を設置する。このとき用いるAlは純Alに限らず、約90%以上の純度であれば差し支えなく使用することができ、また、各種Al合金を使用しても良い。続いて真空下でしばらく保持した後、約700℃まで加熱し、約1時間保持後に徐冷して金属間化合物基複合材料を製造する。

【0034】 上述してきた、本発明に係る金属間化合物基複合材料の製造方法によれば、その特徴を生かして種々の金属間化合物基複合材料を製造することができる。また、大型、或いは複雑形状を有する金属間化合物基複合材料の製造が極めて容易であるとともに、最終製品の形状を考慮したニアネットシェイプ化を行うことができるために、その後の工程において機械加工処理が不必要である。さらに、前処理工程であるアルミナイド金属間化合物の調製も不必要となるために、製造コストの削減を容易に達成することができる。

【0035】

【実施例】 以下、本発明の具体的な実施結果を説明する。

（アルミナイド金属間化合物基複合材料の製造）

表3に示すような、平均粒径が47～54 μm である Al_2O_3 、AlN、SiC、 Si_3N_4 強化材（粉碎粒）、平均粒径が10～125 μm であるTi、Ni、Nb金属粉末、さらに、強化材間隙に含浸するAl（市販の純Al（Al050、純度>99.5%））を用意した。次に、含浸するAl溶湯と各種金属粉末が、表2に示す組成からなるアルミナイド金属間化合物となるように金属粉末の調合を行い、さらに表3に示す強化材体積分率となるように強化材を混合してプリ

フォームを調製した。前記プリフォームを所定の冶具中に充填し、約 1 M P a の圧力にて成形を行った後、その成形体上に A 1 を設置した。0 . 0 0 1 3 3 P a の真空下でしばらく保持した後、同圧力下、7 0 0 ° C まで加熱し、約 1 時間保持後に徐冷し、表 3 に示す金属間化合物基複合材料（試料 N o . 1 ~ 1 1 ）を製造した。

【 0 0 3 6 】

【表 3】

試料No.	材料		粒径		強化材体積率 (vol%)	合成結果及 び緻密化	備考
	強化材	金属粉末	強化材 (μm)	金属粉末 (μm)			
1	Al_2O_3	Ti	47	125	40	×	合成は可能。緻密化不完全
2	Al_2O_3	Ti	47	44	40	×	合成は可能。緻密化不完全
3	Al_2O_3	Ti	47	10	40	○	
4	Al_2O_3	Ti	47	10	10	○	
5	Al_2O_3	Ti	47	10	30	○	
6	Al_2O_3	Ti	47	10	50	○	
7	AlN	Ti	50	10	40	○	
8	SiC	Ti	54	10	40	○	
9	Si_3N_4	Ti	47	10	40	○	
10	Al_2O_3	Ni	47	10	40	○	
11	Al_2O_3	Nb	47	20	40	○	

[含浸条件]
 ・含浸材料：純Al(Al050)
 ・含浸温度：700℃

【0037】

(合成結果及び緻密化の解析)

前述の工程により製造した各アルミナイド金属間化合物基複合材料から試験片を切り出し、SEM観察等を行って、製造した各金属間化合物基複合材料の緻密化の程度を解析した。結果を表3に示す。また、各試験片について、不活性ガス

雰囲気にて差動型示差熱天秤装置TG-DTA（RIGAKU製、TG8120型）を用いて熱分析を行ったところ、本発明の製造方法に係る、試料No. 1～11についてはAlの溶解反応に伴う吸熱反応は測定されず、合成後の生成相となるアルミナイド金属間化合物からのピークのみが測定された。即ち、マトリックス全体が反応によりAlからアルミナイド金属間化合物へと完全に置換されていることを確認した。また、強化材である Al_2O_3 粒子に混合するTi粉末の粒径を変化させたとき、Ti粉末が $125\mu m$ 及び $44\mu m$ の場合（試料No. 1、2）においては、アルミナイド金属間化合物への合成は可能であったがマトリックスの緻密化が為し得られなかった。従って、マトリックスの全体をアルミナイド金属間化合物に置換するためには、添加する強化材の粒径に比して、より小さな粒径のTi粉末を使用する必要性があることを確認できた。これは、金属粉末の粒径が強化材の粒径に比して小さくなることによって比表面積が増大し、自己燃焼反応の活性化度が高められた結果であると考えられる。

【0038】

（アルミナイド（Al-Ti系）金属間化合物基複合材料の製造）

表4に示すような、平均粒径が $47\mu m$ である Al_2O_3 、強化材（粉碎粒）、平均粒径が $10\mu m$ であるTi金属粉末、さらに、強化材間隙に含浸するAl（市販の純Al（A1050、純度>99.5%））を用意した。次に、含浸するAlの量（重量%）を20～80%の間で変化し、前述のアルミナイド金属間化合物基複合材料の製造実施例と同様の条件下にて、表4に示す金属間化合物基複合材料（試料No. 12～22）を製造した。

【0039】

【表 4】

試料No.	材料		粒径		含浸Al量 (mass%)	高温曲げ強度 (400℃) (MPa)		備考
	強化材	金属粉末	強化材 (μm)	金属粉末 (μm)				
12	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	80	63	Al ₃ Ti+Al (Al残存)	
13	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	70	120	Al ₃ Ti+Al (Al残存)	
14	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	66	146	Al ₃ Ti+Al (Al残存)	
15	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	64	179	Al ₃ Ti+Al (Al残存)	
16	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	63	>200	Al ₃ Ti	
17	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	62	>200	TiAl ₂ +Al ₃ Ti	
18	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	61	>200	TiAl ₂ +Al ₃ Ti	
19	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	50	>200	TiAl+TiAl ₂	
20	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	40	>200	TiAl	
21	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	30	>200	Ti ₃ Al+TiAl	
22	Al ₂ O ₃	Ti	47	10	20	>200	Ti ₃ Al	
比較例	—	—	—	—	Al合金	<50	市販材 (2000、6000、7000番系等)	

【含浸条件】

・含浸材料：純Al (A1050)

・含浸温度：700℃

【0040】

(合成結果及び高温曲げ強度の測定)

前記工程により製造した各アルミナイド金属間化合物基複合材料から試験片を切り出し、不活性ガス雰囲気にて差動型示差熱天秤装置TG-DTA (RIGAKU製、TG8120型) を用いて熱分析を行った。本発明に係る、含浸するA

1 溶湯の量を 2 0 ～ 6 3 重量%として製造した場合（試料 N o . 1 6 ～ 2 2 ）においては、A 1 の溶解反応に伴う吸熱反応は測定されず、合成後の生成相となるアルミナイド金属間化合物からのピークのみが測定された。即ち、マトリックス全体が反応により A 1 からアルミナイド金属間化合物へと完全に置換されていることを確認した。これに対し、含浸した A 1 溶湯の量を 6 4 ～ 8 0 重量%として製造した場合（試料 N o . 1 2 ～ 1 5 ）においては、A 1 の溶解反応に伴う吸熱反応が測定され、マトリックス中に A 1 が残存していることを確認した。

また、上記の試料（N o . 1 2 ～ 2 2 ）、及び比較例として A 1 合金について、4 0 0 ℃における高温曲げ強度試験を行った。結果を表 4 に示す。マトリックスに A 1 が残存している試料 N o . 1 2 ～ 1 5 についてはいずれの試料についても曲げ強度が 2 0 0 M P a 以上の値を示さなかったのに対し、本発明に係る製造方法により製造した試料 N o . 1 6 ～ 2 2 においては全て曲げ強度が 2 0 0 M P a 以上の値を示した。マトリックスが完全にアルミナイド金属間化合物へと置換したことが、高温曲げ強度の増加に寄与したものと考えられる。

【 0 0 4 1 】

【発明の効果】 以上説明したように、本発明の金属間化合物基複合材料の製造方法によれば、各種強化材に混合した金属粉末と A 1 溶湯を自己燃焼反応することにより、従来の製造方法に比して低温、且つ、無加圧条件下で金属間化合物基複合材料を製造することができる。また、*in-situ*（その場）でアルミナイド金属間化合物を合成していることから、前処理工程等を減ずることが可能である。さらには、最終製品の形状を考慮したニアネットシェイプ化が可能であることから、製造工程の低減と共に製造コストの削減を図ることが可能である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 製造工程を削減し、且つ大型・複雑形状を有する金属間化合物基複合材料の製造方法を提供する。

【解決手段】 強化材と金属間化合物からなる金属間化合物基複合材料の製造方法であって、強化材の空隙に金属粉末を混合してプリフォームを形成し、プリフォームに Al 溶湯を含浸することにより、金属粉末と Al 溶湯とが自己燃焼反応を生起し、Al 溶湯がアルミナイド金属間化合物に置換される際に、Al 溶湯及び金属粉末とが残存しない量に配合する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004064]

1. 変更年月日	1990年 8月24日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
氏 名	日本碍子株式会社